

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-193795

(43)Date of publication of application : 13.07.1992

(51)Int.Cl.

C30B 29/04  
C30B 25/02

(21)Application number : 02-322278

(71)Applicant : JAPAN STEEL WORKS LTD:THE  
TAKATANI MATSUFUMI

(22)Date of filing : 28.11.1990

(72)Inventor : SAKAMOTO YUKIHIRO  
TAKATANI MATSUFUMI  
MIURA TAKESHI

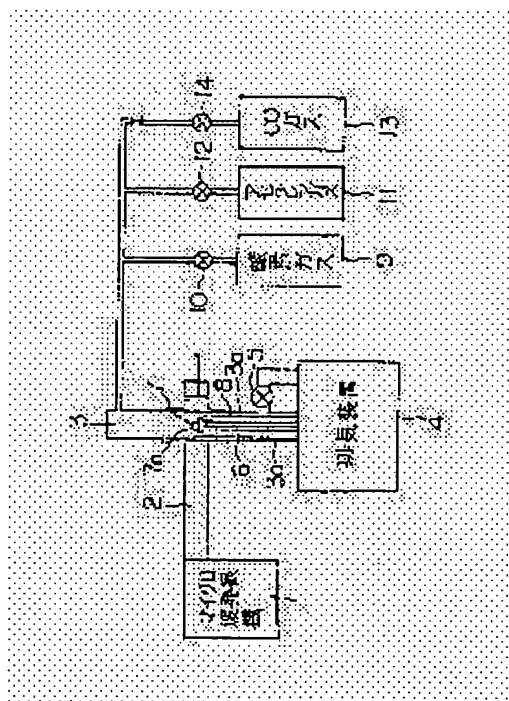
## (54) SYNTHESIS OF DIAMOND

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To increase a deposition area and to improve a forming speed by adding gaseous CO into a reaction chamber at the time of supplying gaseous acetylene and gaseous oxygen into a reaction chamber, and synthesizing diamond onto a substrate by a plasma CVD method.

**CONSTITUTION:** The substrate 7 is disposed in the reaction chamber 3 and a microwave oscillating machine 1 is connected via a waveguide 2 to the reaction chamber 3. The inside of the reaction chamber 3 is evacuated by a discharge device 4 and the microwaves are introduced into the reaction chamber 3 from the oscillating machine 1 to generate microwave plasma.

The gaseous oxygen 9, the gaseous acetylene 11 and gaseous  $\omega$  13 are introduced into the reaction chamber 3 simultaneously therewith. The diamond film is formed on the surface 7a of the substrate 7 by the cracking of the carbon compd. in the gaseous acetylene 11 and CO 1 and by the effect of the gaseous oxygen 9. Since CO is added to a  $C_2H_2+O_2$  system in this way, the speed of forming the diamond is increased.



---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)☐ [Generate Collection](#)      [Print](#)

L51: Entry 5 of 14

File: DWPI

Jul 13, 1992

DERWENT-ACC-NO: 1992-281633

DERWENT-WEEK: 199234

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Diamond synthesis over large deposition surface - by plasma chemical vapour deposition of ethylene, oxygen and carbon monoxide in reaction chamber, gives accelerated deposition

PATENT-ASSIGNEE: JAPAN STEEL WORKS LTD (NIKL), TAKAYA M (TAKAI)

PRIORITY-DATA: 1990JP-0322278 (November 28, 1990)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> <a href="#">JP 04193795 A</a>	July 13, 1992		003	C30B029/04

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 04193795A	November 28, 1990	1990JP-0322278	

INT-CL (IPC): C30B 25/02; C30B 29/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04193795A

BASIC-ABSTRACT:

Diamond is synthesised on the surface (7a) of a substrate plate (7) through a plasma chemical vapour deposition by feeding C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> into a reaction chamber (3), with additional feed of CO into the reaction chamber.

ADVANTAGE - The equilibrium between the reactions: (i)-(iv) etc. is optimised and the deposition speed is accelerated to 2-3 microns/hr SiC over a large deposition surface area.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04193795A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/2

DERWENT-CLASS: E36 L02 M13

CPI-CODES: E31-N03; L02-F05; L02-H04; M13-E02; M13-E05;

[Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)

## ⑫ 公開特許公報(A)

平4-193795

⑤ Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)7月13日

C 30 B 29/04  
25/02R 7821-4G  
P 7821-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 ダイヤモンドの合成方法

⑮ 特 願 平2-322278

⑯ 出 願 平2(1990)11月28日

⑰ 発 明 者 坂 本 幸 弘 千葉県四街道市吉岡1321 株式会社日本製鋼所内  
 ⑰ 発 明 者 高 谷 松 文 千葉県佐倉市王子台3-22-13  
 ⑰ 発 明 者 三 浦 毅 千葉県四街道市吉岡1321 株式会社日本製鋼所内  
 ⑰ 出 願 人 株式会社日本製鋼所 東京都千代田区有楽町1丁目1番2号  
 ⑰ 出 願 人 高 谷 松 文 千葉県佐倉市王子台3-22-13  
 ⑰ 代 理 人 弁理士 曾我 道照 外3名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

ダイヤモンドの合成方法

## 2. 特許請求の範囲

反応室(3)内にアセチレンガス( $C_2H_2$ )と酸素ガス( $O_2$ )を供給し、プラズマCVD法により、基板(7)表面(7a)にダイヤモンドを合成するようにしたダイヤモンドの合成方法において、

前記反応室(3)内にCOガスを添加することを特徴とするダイヤモンドの合成方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、ダイヤモンドの合成方法に関し、特に、 $C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、生成速度を向上させるための新規な改良に関する。

## 〔従来の技術〕

従来、用いられていたこの種のダイヤモンドの合成方法としては種々あるが、その中で代表的なものについて述べると、例えば、特開平1-301588号公報に開示された方法を挙げることができる。

すなわち、この公報に開示された方法においては、酸素ガス及び炭素を含む化合物ガスを反応容器に導入し、直流又は交流の電磁界により前記容器中にプラズマを発生させて容器中に保持した基板上にダイヤモンドを生成するようにしている。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

従来のダイヤモンドの合成方法は、以上のように構成されていたため、次のような課題が存在していた。

すなわち、酸素ガス及び炭素を含む化合物ガスのみを用いていたため、通常、1時間当たり1～0.5 $\mu m$ のダイヤモンドの生膜を行うのが限度であった。

従って、従来の方法では、ダイヤモンドの生成を工業的に行うには、単位時間当たりの生成速度が遅く、この生成速度を向上させることは不可能であった。

本発明は、以上のような課題を解消するためになされたもので、特に、 $C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、生成速度を向上させるよう

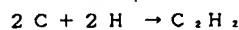
にしたダイヤモンドの合成方法を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明によるダイヤモンドの合成方法は、反応室内にアセチレンガス( $C_2H_2$ )と酸素ガス( $O_2$ )を供給し、プラズマCVD法により、基板表面にダイヤモンドを合成するようにしたダイヤモンドの合成方法において、前記反応室内にCOガスを添加するようにした方法である。

〔作用〕

本発明によるダイヤモンドの合成方法においては、 $C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、 $C_2H_2$ からの脱水素反応及びCOからの脱酸素反応が同時にプラズマ中で発生しており、 $C_2H_2-CO-O_2$ 系では、 $CO \rightarrow C + O$ 、 $C_2H_2 \rightarrow C + H_2$ となり、これらのH、Oが再び反応し、



-3-

この反応室3の下部には、この反応室3内を減圧状態に保持するための排気装置4が、排気系バルブ5を介して接続されている。

前記反応室3内には、基板支持台6上に支持された例えばシリコン等の基板7が配設されており、この反応室3の前記基板支持台6に対応する内壁3aには、前記マイクロ波発振機1からのマイクロ波を吸収するための黒鉛等からなるマイクロ波吸収剤8が設けられている。

前記反応室3の上部には、酸素ガスを内蔵した酸素ガスボンベ9が、第1バルブ10を介して接続されると共に、含炭素化合物であるアセチレンガスを内蔵したアセチレンガスボンベ11が第2バルブ12を介して接続されている。また、COガスを内蔵したCOガスボンベ13が第3バルブ14を介して接続されている。

従って、マイクロ波発振機1を所定の出力で起動させ、導波管2を通じて反応室3内にマイクロ波を導入することによりマイクロ波プラズマを発生させ、各バルブ10、12、14を開弁して酸

などの反応が発生し、その反応のバランスをとるために、 $C_2H_2:CO=1:1$ とし、 $C_2H_2=50\text{ secM}$ 、 $CO=50\text{ secM}$ 、 $O_2=45\text{ secM}$ とすることによって、 $C_2H_2:CO=1:1$ の領域が最良であることが判明した。

従って、 $C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、析出面積が大きくなり、生成速度を速めることができ、1時間で2~3 $\mu\text{m}$ の成膜を得ることができた。

〔実施例〕

以下、図面と共に本発明によるダイヤモンドの合成方法の好適な実施例について詳細に説明する。

第1図は本発明によるダイヤモンドの合成方法を適用したダイヤモンド合成装置を示す構成図、第2図はダイヤモンドの生成速度と流量比の関係を示す特性図である。

第1図において符号1で示されるものは、マイクロ波発振機であり、このマイクロ波発振機1は、導波管2を介して反応室3に接続されている。

前記反応室3は縦長形に構成されていると共に、

-4-

素ガス及びアセチレンガス及びCOガスを反応室3内に供給し、過熱された基板7の表面7a上において、アセチレンガス及びCOガス中の炭素化合物の分解および酸素ガスの作用によってダイヤモンド皮膜が形成される。

次に、本出願人が前述の合成装置を用いて実際にダイヤモンド皮膜を合成した場合の実験例について説明する。

実験例

基板7としてシリコンウェハを用い、含炭素化合物としてアセチレンガス( $C_2H_2$ )、雰囲気ガスとして酸素( $O_2$ )ガスをを用い、COを添加すると共に、以下の条件でマイクロ波プラズマCVD法によりダイヤモンドを合成した。

$C_2H_2$  . . . 50 secM

$O_2$  . . . 45 secM

CO . . . 50 secM

マイクロ波出力 . . . 400 W

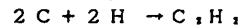
真空度 . . . 40 Torr

$C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、

-5-

-6-

$C_2H_2$ からの脱水素反応及びCOからの脱酸素反応が同時にプラズマ中で発生しており、 $C_2H_2-O_2$ 系では、 $CO \rightarrow C + O$ 、 $C_2H_2 \rightarrow C + H_2$ となり、これらのH、Oが再び反応し、



などの反応が発生し、その反応のバランスをとるために、 $C_2H_2:CO=1:1$ とし、 $C_2H_2=50\text{ sccM}$ 、 $CO=50\text{ sccM}$ 、 $O_2=45\text{ sccM}$ とすることによって、 $C_2H_2:CO=1:1$ の領域が最良であることが判明した。

従って、 $C_2H_2-O_2$ 系にCOを添加することにより、析出面積が大きくなり、生成速度を速めることができ、1時間で2～3μの成膜を得ることができた。尚、 $CO:C_2H_2=1:1$ よりCO流量が少ない領域では、良質なダイヤモンドが得られるが生成速度は遅い。また、1:1よりCO流量が多い領域では、生成速度は速くなるが、非

ダイヤモンド成分（アモルファスカーボン、グラファイト等）が含まれている。

#### 【発明の効果】

本発明によるダイヤモンドの合成方法は、以上のように構成されているため、次のような効果を得ることができる。

すなわち、 $C_2H_2+O_2$ 系にCOを添加することにより、析出面積が大きくなり、ダイヤモンドの生成速度を大幅に向上させることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明によるダイヤモンドの合成方法を適用したダイヤモンド合成装置を示す構成図第2図はダイヤモンドの生成速度と流量比の関係を示す特性図である。

3は反応室、7は基板、7aは表面である。

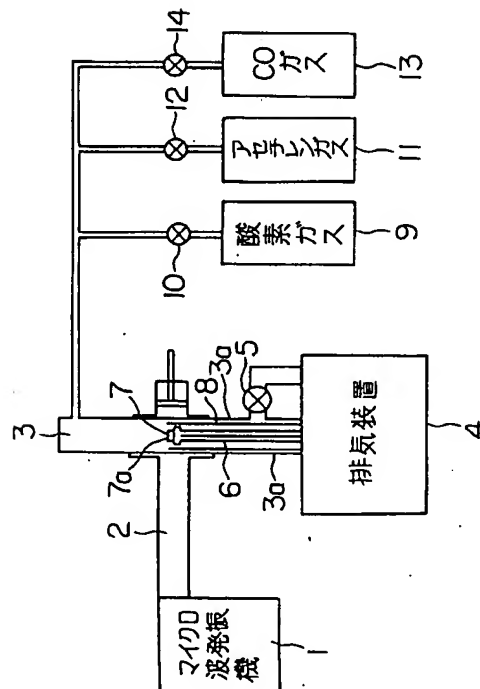
特許出願人 株式会社日本製鋼所

同 上 高 谷 松 文

代理人 曾 我 道 照



第1図



(3)は反応室  
(7)は基板  
(7a)は表面

第2図

